

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-043526

(43)Date of publication of application : 16.02.2001

(51)Int.Cl.

G11B 5/72  
 C23C 14/02  
 C23C 14/06  
 C23C 14/34  
 G11B 5/65  
 G11B 5/84  
 G11B 5/851  
 H01F 10/30  
 H01F 41/18

(21)Application number : 2000-151204

(71)Applicant : FUJI ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 23.05.2000

(72)Inventor : SAITO AKIRA

(30)Priority

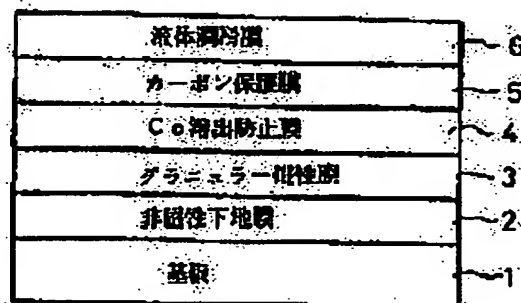
Priority number : 11147150 Priority date : 26.05.1999 Priority country : JP

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND MANUFACTURE OF THE SAME

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a magnetic recording medium having a granular magnetic film having an improved protecting performance a carbon protective layer with positioned above the granular magnetic layer.

**SOLUTION:** This magnetic recording medium has a multi-layered structure consisting of a non-magnetic base film 2, a granular magnetic film 3 having ferromagnetic crystalline grains and non-magnetic grain boundaries enclosing the grains, an intermediate film (Co elution preventing film) 4 consisting of a metal material forming a stable oxide, a carbon protective film 5 and a liquid lubricating film 6 successively laminated on a non-magnetic substrate 1. Even if ionized oxygen is released from the surface of the magnetic film at the time of film-forming the intermediate layer 4 on the granular magnetic film 3, the oxygen reacts with the metal element of the intermediate material to form an intermediate film of a stable oxide. Therefore, when the carbon protective film 5 is formed on the intermediate film, neither dissociation nor diffusion of ionized oxygen occurs. Thus, the carbon protective film 5 which does not contain the oxides of carbon and has excellent film properties can be formed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application]

converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-43526  
(P2001-43526A)

(43) 公開日 平成13年2月16日 (2001.2.16)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマリト* (参考)
G 1 1 B	5/72	G 1 1 B	5/72
C 2 3 C	14/02	C 2 3 C	14/02
	14/06		14/06
	14/34		14/34
G 1 1 B	5/65	G 1 1 B	5/65

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-151204(P2000-151204)  
(22) 出願日 平成12年5月23日 (2000.5.23)  
(31) 優先権主張番号 特願平11-147150  
(32) 優先日 平成11年5月26日 (1999.5.26)  
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

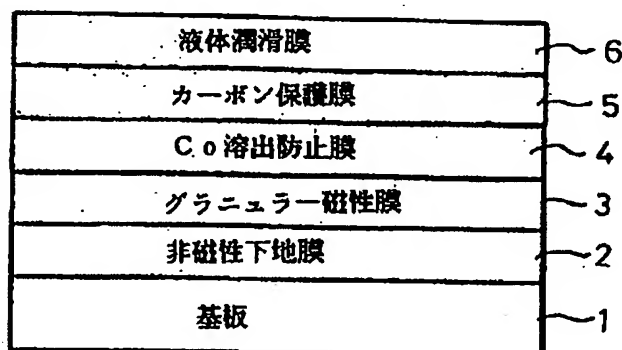
(71) 出願人 000005234  
富士電機株式会社  
神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号  
(72) 発明者 斎藤 明  
神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号  
富士電機株式会社内  
(74) 代理人 100089945  
弁理士 山田 稔

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 グラニューラー磁性層上のカーボン保護層の保護性能が向上したグラニューラー磁性膜を持つ磁気記録媒体の提供。

【解決手段】 磁気記録媒体は、非磁性基体1の上に、非磁性下地膜2、強磁性結晶粒とこれを取り囲む非磁性粒界とを有するグラニューラー磁性膜3、安定な酸化物をつくる金属材料の中間膜(Co溶出防止膜)4、カーボン保護膜5及び液体潤滑膜6を順次積層した層構造となっている。グラニューラー磁性膜3の上に中間層4を成膜する際に磁性膜表面からイオン化した酸素が解離しても、その酸素と中間層材料の金属元素とが結合して安定な酸化物の中間膜が成膜されるので、その中間膜上にカーボン保護膜5を成膜する際にはイオン化した酸素が解離放散することがなく、炭素酸化物を含まない良質な膜質のカーボン保護膜5を成膜できる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性基体上に少なくとも非磁性下地層、磁性層及び炭素を主成分とする保護層を順次積層し、前記磁性層が強磁性粒子とこれを包囲する酸化物を有してなる磁気記録媒体において、前記磁性層と前記保護層との間に、酸化物の酸素1分子当たりの標準生成ギブスの自由エネルギーが $-94000$  (cal/mol) 未満である金属元素からなる中間層を有してなることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 請求項1記載の磁気記録媒体において、前記中間層は、Cr、Ti、Zr、V、Siを含む群から選ばれた少なくとも1種の元素からなる金属又は合金の単層膜又は複層膜であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項3】 請求項2記載の磁気記録媒体において、前記中間層はCrからなり、その膜厚が130Å以上であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項4】 請求項2記載の磁気記録媒体において、前記中間層はTiからなり、その膜厚が25Å以上であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項5】 請求項1乃至請求項4のいずれか一項に記載の磁気記録媒体において、前記磁性層に含まれる前記強磁性粒子は、CoPt合金にCr、Ni、Taのうちの少なくとも1種の元素を添加した合金からなることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項6】 非磁性基体の上に非磁性下地層を形成する工程と、該非磁性下地層の上に強磁性粒子とこれを取り囲む酸化物を有する磁性層を形成する工程と、該磁性層の上に炭素を主成分とする保護層を形成する工程とを含む磁気記録媒体の製造方法において、前記保護層の形成工程に先立って、前記磁性層の上に、酸化物の酸素1分子当たりの標準生成ギブスの自由エネルギーが $-94000$  (cal/mol) 未満である金属元素からなる中間層を形成する工程を含むことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項7】 非磁性基体の上に非磁性下地層を形成する工程と、該非磁性下地層の上に強磁性粒子とこれを取り囲む酸化物を有する磁性層を形成する工程と、該磁性層の上に炭素を主成分とする保護層を形成する工程とを含む磁気記録媒体の製造方法において、前記保護層の形成工程は、Arガスに還元性ガスを含む混合ガス雰囲気下でスパッタリングして前記保護層を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項8】 非磁性基体の上に非磁性下地層を形成する工程と、該非磁性下地層の上に強磁性粒子とこれを取り囲む酸化物を有する磁性層を形成する工程と、該磁性層の上に炭素を主成分とする保護層を形成する工程とを含む磁気記録媒体の製造方法において、前記磁性層を形成した後、前記保護層の形成工程に先立って、還元性雰囲気下でRFグロー放電を施す前処理工

程を含むことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、コンピュータの外部記録装置等に搭載される磁気記録媒体及びその製造方法に関し、特に、グラニューラー磁性膜を持つ磁気記録媒体の改良に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 デジタルカメラやデジタルビデオの普及に伴って、コンピュータによって写真や動画像を処理することへのニーズが高まっている。こうした背景の下、コンピュータの外部主記憶装置であるハードディスクドライブ（以下HDDと略記）に対して、さらなる高密度・大容量化が要請されている。現在HDDに用いられる磁気記録媒体の面記録密度は10bits/in<sup>2</sup> に達しており、高密度化の結果として単位ビットに対応する磁化された領域の物理的なサイズが小さくなっている。磁化面積が小さくなるにつれ磁化された領域の熱安定性（磁性体を構成する原子の熱的ゆらぎに対して記録された情報・磁化の向きを保持する力）も低下する。現在この熱安定性から推定される記録密度の理論限界は20乃至30Gbits/in<sup>2</sup> の範囲であると考えられている。

【0003】 磁気記録媒体の熱安定性を向上させるため、現在高密度の磁気記録媒体に最も良く用いられているCo系磁性膜では、磁性膜の白金Ptの組成を増加させることにより材料の結晶磁気異方性を高め保磁力H<sub>c</sub>（現在3000乃至4000Oe）を上げていく手法が採られている。Coなどの強磁性体にPtなどを添加して非磁性の金属元素の組成比を上げていくと、媒体の磁化率が減少していくが、近年、磁気抵抗素子、巨大磁気抵抗素子などのような高感度の磁気ヘッドが開発されてきたため、微弱な磁気信号の読み出しが可能であるので、高記録密度を実現できると期待されている。

【0004】 しかし、磁気異方性が高くなるPtなどを添加すると、高保磁力で磁性膜の熱的安定性が向上するものの、読み出しノイズが増加することになるため、結果として読み出しエラーの悪化を招くので、高記録密度の実現が困難である。細かな粒子から構成される連続な磁性膜のうち微小な限られた領域だけを磁化する（磁気的な情報を書き込む）と、例えば、数千個の微粒子からなる膜の中心部のうちある特定の粒子数個の磁化の方向を制御する場合、目的の粒子数個だけを磁化しようとしても、磁気的な相互作用の大きな強磁性粒子ではその隣接する粒子にも磁気的に作用し、隣接粒子の磁化の向きも変えてしまい、このような磁気的相互作用の現象が磁気記録における読み出しノイズをもたらす。

【0005】 このような磁気的相互作用を断ち切り、ノイズ低減により高記録密度の実現を期待できるものとして、特開平10-40529号公報や特開平10-92637号公報に開示されるようなグラニューラー構造の磁性膜が知られてい

る。この磁性膜は、例えば従来のCo系磁性膜(Co, Cr, Ta, Ptなどの金属元素を含む)にSiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などの安定な酸化物を形成する材料を数%から数十%混入させた材料である。このような酸化物を添加した材料をターゲットとして用いてスパッタリング法で成膜した磁性膜の構造は、Co系の磁性材料の微粒子(この粒子が単一のグレインに対応)を添加した酸化物の網の目が取り囲むようなネットワーク構造をしている。この結果、Co系磁性膜を構成する粒子間の磁氣的相互作用は弱い状態に抑えられる。従って、グラニューラ構造の磁性膜では、磁氣的相互作用が小さく抑えられているため、制御性良く目的の領域のみを磁化することができ、低ノイズの磁気記録媒体を実現できる。

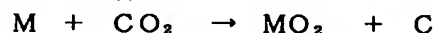
【0006】前述したように、媒体の記録密度を上げていくためには、記録単位の物理的面積を縮小していかなければならないため、記録媒体を構成する磁性粒子の粒径自体も小さくしていかなければならない。この結果、磁性粒子は熱による擾乱を受け易くなるため、記録された磁化方向を安定して保持することが難しくなる。しかし、グラニューラ磁性膜は、従来の金属粒子のみから構成される磁性膜に比較し、粒径を小さくしていても比較的保磁力の大きな熱的に安定な(高保磁力を持つ)膜として期待されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記のグラニューラ磁性膜を有する磁気記録媒体にあっては、次のような問題点がある。

【0008】即ち、グラニューラ磁性膜は膜中の酸素組成が大きいと、媒体のスパッタリング積層成膜工程において、グラニューラ磁性膜の上にカーボンの保護膜を成膜する際、プラズマ中のアルゴンArがグラニューラ磁性膜表面の酸素を叩き出し、プラズマ中にイオン化した酸素が放散し、このイオン化した酸素とカーボンが結合して酸化カーボンを生成する過程、あるいはグラニューラ磁性膜の上に一旦成膜されたカーボン膜がイオン化した酸素又は酸素ラジカルと結合して酸化カーボンを生成する過程など、カーボン保護膜の膜質を劣化させる。この膜質の劣化はカーボン保護膜自体の密度低下や部分的欠陥として現れるものである。また磁性膜表面も粗くなる。

【0009】本発明者の実験によれば、サンプル媒体を一定時間(3分間)純水に浸漬し、カーボン保護膜下のCo系磁性膜からのCo溶出量を比較検討したところ、グラニューラ磁性膜を持つ媒体は、従来の金属元素からなる磁性膜の媒体の値(100μg/m<sup>2</sup>以下)に比し、1000\*



(1)式が成立するためには、標準条件でのギブスの自由エネルギーG<sub>f</sub>(MO<sub>2</sub>)が負である。



\*倍近くの値を示し、保護性能が著しく劣化していることが判明した。このCo溶出量の値は、カーボン保護膜の被覆性能及び磁性膜表面の粗さ程度を敏感に反映するものである。

【0010】そこで、上記問題点に鑑み、本発明の課題は、グラニューラ磁性層上のカーボン保護層の保護性能が向上したグラニューラ磁性膜を持つ磁気記録媒体及びその製造方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、本発明は、非磁性基体上に少なくとも非磁性下地層、磁性層及び炭素を主成分とする保護層を順次積層し、この磁性層が強磁性粒子とこれを包囲する酸化物を有してなる磁気記録媒体において、上記磁性層と上記保護層との間に、酸化物の酸素1分子当たりの標準生成ギブスの自由エネルギーが-94000(cal/mol)未満である金属元素からなる中間層を有してなることを特徴とする。ここで、上記磁性層はグラニューラ磁性層である。また、酸化物の酸素1分子当たりの標準生成ギブスの自由エネルギーが-94000(cal/mol)未満である金属元素とは、Cr, Ti, Zr, V, Siなどの様な安定な酸化物をつくる金属材料である。

【0012】かかる金属材料の中間層をグラニューラ磁性層と炭素を主成分とする保護層との間に具備する磁気記録媒体にあっては、スパッタリング積層成膜工程において、グラニューラ磁性膜の上に中間層を成膜する際にグラニューラ磁性膜表面からイオン化した酸素が解離しても、その酸素と中間層材料の金属元素とが結合して安定な酸化物を含む中間層が成膜されるものであり、その中間層上に炭素を主成分とする保護層を成膜する際には中間層からイオン化した酸素が解離放散することがなく、炭素酸化物を含まない良質な膜質の保護層を成膜することができる。このため、グラニューラ磁性層を持つ磁気記録媒体といえども、保護層が従来の金属磁性膜の媒体と略同程度の保護性能を発揮し、グラニューラ磁性層からの磁性元素等の溶出量を僅少化でき、グラニューラ磁性層を持つ磁気記録媒体の実用化を図ることができる。

【0013】ここで、中間層を構成する金属元素が有する酸化物の酸素1分子当たりの標準生成ギブスの自由エネルギーについて考察する。まず、中間層に金属酸化物としてトラップされている酸素が保護層中の炭素と結び付く過程は僅少でなければならない。金属元素をMとすると、以下の(1)式のように、この金属元素Mは二酸化炭素の還元剤として働く元素である。

(1)

※【0014】次に、二酸化炭素が酸素と炭素とに分解する過程(還元反応)、即ち

(2)

の標準条件でのギブスの自由エネルギー $G_f$  ( $\text{CO}_2$ ) は+94000 (cal/mol) であるが、酸素雰囲気での保護 \*



の標準条件でのギブスの自由エネルギー $G_f$  ( $\text{CO}_2$ ) は-94000 (cal/mol) であることからみて、全過程的 ※



の反応が成立しなければならない。従って、金属元素Mは炭素Cよりも強酸化性金属(強還元剤)であり、標準条件でのギブスの自由エネルギー $G_f$  ( $\text{MO}_2$ ) としては、-94000 (cal/mol) よりも小さくなければならない。

【0015】因みに、Cr, Ti, Zr, V, Siの酸素1分子当たりの標準生成ギブスの自由エネルギー $G_f$  は、以下の通りであり、いずれも-94000 (cal/mol) よりも十分小さい値である。



$$G_f (\text{TiO}_2) = -212000 \text{ cal/mol/O}_2$$



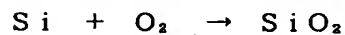
$$G_f (\text{Cr}_2\text{O}_3) = -168000 \text{ cal/mol/O}_2$$



$$G_f (\text{V}_2\text{O}_5) = -181000 \text{ cal/mol/O}_2$$



$$G_f (\text{ZrO}_2) = -248000 \text{ cal/mol/O}_2$$



$$G_f (\text{SiO}_2) = -204000 \text{ cal/mol/O}_2$$

中間層の材料としては、このようにCr, Ti, Zr, V, Siなどの金属元素を含むものであるが、これらを用いた合金でも、また他の元素を含むものでも良く、更に単層膜に限らず、複層膜としても良い。

【0016】特に、中間層がCrからなり、その膜厚が130Å以上である構成では、純水3分間浸漬でのCo溶出量を100  $\mu\text{g}/\text{m}^2$  以下に抑えることができ、保護膜の性能を従来の金属磁性膜の媒体の場合と略同等にできる。

【0017】また、中間層がTiからなり、その膜厚が25Å以上である構成でも、純水3分間浸漬でのCo溶出量を100  $\mu\text{g}/\text{m}^2$  以下に抑えることができ、保護膜の性能を従来の金属磁性膜の媒体の場合と略同等にできる。

【0018】なお、磁性層に含まれる前記強磁性粒子としては、CoPt合金にCr, Ni, Taのうちの少なくとも1種の元素を添加した合金とすることがきる。

【0019】かかる中間層を有する磁気記録媒体の製造方法は、非磁性基体の上に非磁性下地層を形成する工程と、この非磁性下地層の上に強磁性粒子とこれを取り囲む酸化物を有する磁性層を形成する工程と、この磁性層の上に炭素を主成分とする保護層を形成する工程とを含み、上記保護層の形成工程に先立って、上記磁性層の上に、酸化物の酸素1分子当たりの標準生成ギブスの自由エネルギーが-94000 (cal/mol) 以下である金属元素からなる中間層を形成する工程を有することを特徴とす

\* 層の成膜中において、(2)式の逆反応(炭素が酸素と結合する酸化反応)が生じる場合、即ち



※には、

る。グラニュー磁性膜の上に中間層を成膜する工程でグラニュー磁性膜表面からイオン化した酸素が解離しても、その酸素と中間層材料の金属元素とが結合して安定な酸化物を含む中間層が成膜されるので、その中間層上に炭素を主成分とする保護層を成膜する工程では、中間層からイオン化した酸素が解離放散することがなく、炭素酸化物を含まない良質な膜質の保護層を成膜することができる。

【0020】また別の製法としては、非磁性基体の上に非磁性下地層を形成する工程と、この非磁性下地層の上に強磁性粒子とこれを取り囲む酸化物を有する磁性層を形成する工程と、この磁性層の上に炭素を主成分とする保護層を形成する工程とを含み、上記保護層の形成工程は、Arガスに還元性ガスを含む混合ガス雰囲気下でスパッタリングして保護層を形成することを特徴とする。かかる製法では、中間層を形成せずに、還元性雰囲気下で保護層を形成するものであるから、グラニュー磁性膜表面からイオン化した酸素が解離しても、これが還元されるので、炭素酸化物を含まない良質な膜質の保護層を得ることができる。

【0021】更に別の製法としては、非磁性基体の上に非磁性下地層を形成する工程と、この非磁性下地層の上に強磁性粒子とこれを取り囲む酸化物を有する磁性層を形成する工程と、この磁性層の上に炭素を主成分とする保護層を形成する工程とを含み、上記磁性層を形成した後、上記保護層の形成工程に先立って、還元性雰囲気下でRFグロー放電を施す前処理工程を含むことを特徴とする。かかる製法では、保護層を形成する前に、グラニュー磁性層表面の酸素を予め脱酸しているため、その磁性層の上に保護層を成膜する工程では酸素との結合を抑制することができ、炭素酸化物を含まない膜質が良質な保護層を得ることができる。

【0022】

【発明の実施の形態】次に本発明の実施態様を図面に基づいて説明する。図1は本実施形態に係る磁気記録媒体の層構造を示す模式的断面図である。本例の磁気記録媒体は、アルミニウム合金、シリコンガラス、又はプラスチック(ポリカーボネート或いはポリオレフィンなど)の非磁性基体(基板)1の上に、非磁性下地膜2、強磁性結晶粒とこれを取り囲む非磁性粒界とを有するグラニュー磁性膜3、安定な酸化物をつくる金属材料又は難酸化金属材料の中間膜(Co溶出防止膜)4、カーボン保護膜5及び液体潤滑膜6を順次積層した層構造となっている。

【0023】基板1のサイズは直径が5.25インチ、3.5インチ、2.5インチなど多種類を採用できる。非磁性下地膜2はこの上に成膜されるグラニューラー磁性膜3の結晶性および磁気特性を制御する目的で形成されて、膜厚40nmまでのCr膜の単層膜や膜厚10nmまでのNiP膜と膜厚40nmまでのCr膜との複層膜から成る。グラニューラー磁性膜3は非磁性下地膜2の上にCo系磁性層の酸化物を数mol%から数十mol%含む150 Åまでの膜厚である。ここでCo系磁性粒子としては、 $\text{Co}_0$ 、 $\text{Cr}_2$ 、 $\text{Pt}_{1,2}$ を用いた。また、酸化物としては、例えば、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ を用いることができる。

【0024】Co溶出防止膜4として、グラニューラー磁性膜3の上にスパッタリング法を用いて成膜する。このCo溶出防止膜4の材料としては、Cr、Ti、V、Siなどの安定な酸化物をつくる金属材料が用いられる。\*

膜	スパッタ電力 (W/cm <sup>2</sup> )	Arガス分圧 (mTorr)	H <sub>2</sub> ガス分圧 (mTorr)	ターゲット
Cr下地膜	4	1	0	Cr
Coグラニューラー 磁性膜	2~4	1	0	金属・酸化物 (焼結体)
Co溶出防止膜	4	1	0	Ti
カーボン保護膜	4	1	1	グラフait

この媒体を3分間純水に浸漬したCo溶出量の層厚依存性を図2に示す。この図から明らかなように、Ti膜の場合、膜厚が25Å以上の場合Co溶出量を100  $\mu\text{g}/\text{m}^2$ 以下に抑えることができことが判明した。

【0026】グラニューラー磁性膜3の上にCo溶出防止膜4を成膜する際にグラニューラー磁性膜表面からイオン化した酸素が解離しても、その酸素とTiとが結合して安定な酸化物( $\text{TiO}_2$ )を含むCo溶出防止膜4が成膜されるものであるから、そのCo溶出防止膜4上にカーボン保護膜5を成膜する際にはCo溶出防止膜4からイオン化した酸素が解離放散することがなく、炭素酸化物を含まない膜質が良質なカーボン保護膜5を成膜できるものと考えられる。

【実施例2】非磁性下地膜2としてCr、グラニューラー磁性膜3として $\text{Co}_0$ 、 $\text{Cr}_2$ 、 $\text{Pt}_{1,2}$ - $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、Co溶出防止膜4としてCr膜とし、実施例1と同様なスパッタリング法による成膜条件でサンプル媒体を試作した。

【0027】この媒体を3分間純水に浸漬したCo溶出量の層厚依存性を図2に示す。この図から明らかなように、Cr膜の場合、膜厚が130Å以上の場合Co溶出量を100  $\mu\text{g}/\text{m}^2$ 以下に抑えることができことが判明した。Cr膜はTi膜に比しやや劣るものの、膜厚を厚くすればCo溶出防止機能を充分果たす。

【実施例3】上記実施例1、2では、中間層としてのCo溶出防止膜4を設けた媒体であったが、本例ではCo溶出防止膜4を設けず、非磁性下地膜2としてCr、グラニューラー磁性膜3として $\text{Co}_0$ 、 $\text{Cr}_2$ 、 $\text{Pt}_{1,2}$

\*これらの金属元素が有する酸化物の酸素1分子当たりの標準生成ギブスの自由エネルギーは負の大きな値であり、-94000 (cal/mol)未満である。このCo溶出防止膜4の膜構造は単層膜でも良いが、例えば、膜厚2nmのTi膜の上に膜厚2nmのCr膜や、逆に膜厚2nmのCr膜の上に膜厚2nmのTi膜のような複層膜でも構わない。カーボン保護膜は50乃至150Å成膜する。

【実施例1】非磁性下地膜2としてCr、グラニューラー磁性膜3として $\text{Co}_0$ 、 $\text{Cr}_2$ 、 $\text{Pt}_{1,2}$ - $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、Co溶出防止膜4としてTi膜とし、以下のスパッタリング法による成膜条件でサンプル媒体を試作した。なお、基板温度は室温で、事前加熱は加えていない。

【0025】

【表1】

- $\text{Cr}_2\text{O}_3$ とし、カーボン保護膜5の形成工程においては、Arガスに還元性ガス(水素ガス)を含む混合ガス雰囲気下でスパッタリングしてカーボン保護膜5を形成した。実施例1と同様なスパッタリング法による成膜条件で媒体を試作した。水素ガス分圧を数mTorr乃至数十mTorrとした。

【0028】かかる製法では、還元性雰囲気下でカーボン保護層4を形成したので、グラニューラー磁性膜3表面からイオン化した酸素が解離しても、これが還元されるので、炭素酸化物を含まない膜質が良質なカーボン保護膜5を得ることができる。

【0029】この媒体についてもCo溶出試験を行った結果、100  $\mu\text{g}/\text{m}^2$ 以下に抑えることができた。

【実施例4】本例もCo溶出防止膜4を設けず、グラニューラー磁性膜3を形成した後、カーボン保護膜5の形成工程に先立って、還元性雰囲気(水素ガス)下でRFグロー放電を施す前処理工程を行い、その後カーボン保護膜5を成膜した。非磁性下地膜2としてCr、グラニューラー磁性膜3として $\text{Co}_0$ 、 $\text{Cr}_2$ 、 $\text{Pt}_{1,2}$ - $\text{Cr}_2\text{O}_3$ とした。水素ガス圧を数mTorr乃至数十mTorrとした。

【0030】かかる製法では、カーボン保護膜5を形成する前に、グラニューラー磁性膜3表面の酸素を予め還元しているため、その磁性膜3の上にカーボン保護膜を成膜する工程では酸素との結合を抑制することができ、炭素酸化物を含まない膜質が良質なカーボン保護膜5を得ることができる。

【0031】このサンプル媒体についてもCo溶出試験



を行った結果、 $100 \mu\text{g}/\text{m}^2$  以下に抑えることができた。

【0032】なお、上記実施例1、2では中間膜材料として、Cr、Ti、Zr、V、Siなどの安定な酸化物をつくる金属元素を用いてあるが、逆に、Au、Pt、Pdの様な難酸化性金属元素を用いても良い。

【0033】

【発明の効果】以上説明したように、本発明は、グラニューラー磁性層と炭素を主成分とする保護層との間に安定な酸化物をつくる金属材料の中間層を具備する磁気記録媒体であるため、次の効果を奏する。

【0034】① グラニューラー磁性膜の上に中間層を成膜する際にグラニューラー磁性膜表面からイオン化した酸素が解離しても、その酸素と中間層材料の金属元素とが結合して安定な酸化物を含む中間層が成膜されるものであるから、その中間層上に炭素を主成分とする保護層を成膜する際には中間層からイオン化した酸素が解離放散することがなく、炭素酸化物を含まない膜質が良質な保護層を成膜することができる。グラニューラー磁性層からの磁性元素等の溶出量を僅少化でき、グラニューラー磁性層を持つ媒体の実用化を図ることができる。

【0035】② 特に、中間層がCrからなり、その膜厚が130Å以上である構成では、純水3分間浸漬でのCo溶出量を $100 \mu\text{g}/\text{m}^2$  以下に抑えることができ、保護膜の性能を従来の金属磁性膜の媒体の場合と略同等にできる。

【0036】③ また、中間層がTiからなり、その膜厚が25Å以上である構成でも、純水3分間浸漬でのCo溶出量を $100 \mu\text{g}/\text{m}^2$  以下に抑えることができ、保護膜の性能を従来の金属磁性膜の媒体の場合と略同等にできる。

\*

\*【0037】④ 製法として、保護層の形成工程は、Arガスに還元性ガスを含む混合ガス雰囲気下でスパッタリングして保護層を形成することを特徴とする。かかる製法では、中間層を形成せずに、還元性雰囲気下で保護層を形成するものであるから、グラニューラー磁性膜表面からイオン化した酸素が解離しても、これが還元されるので、炭素酸化物を含まない膜質が良質な保護層を得ることができる。

【0038】⑤ 別の製法としては、磁性層を形成した後、保護層の形成工程に先立って、還元性雰囲気下でRFグロー放電を施す前処理工程を含むことを特徴とする。かかる製法では、保護層を形成する前に、グラニューラー磁性層表面の酸素を予め脱酸しているため、その磁性層の上に保護層を成膜する工程では酸素との結合を抑制することができ、炭素酸化物を含まない膜質が良質な保護層を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

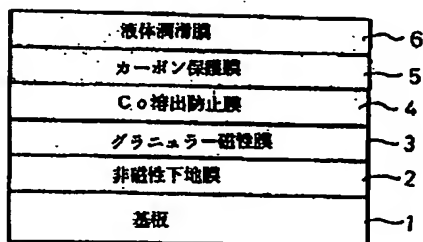
【図1】本実施形態に係る磁気記録媒体の層構造を示す模式的断面図である。

【図2】実施例1及び実施例2における磁気記録媒体のCo溶出量のCo溶出量層厚依存性を示すグラフである。

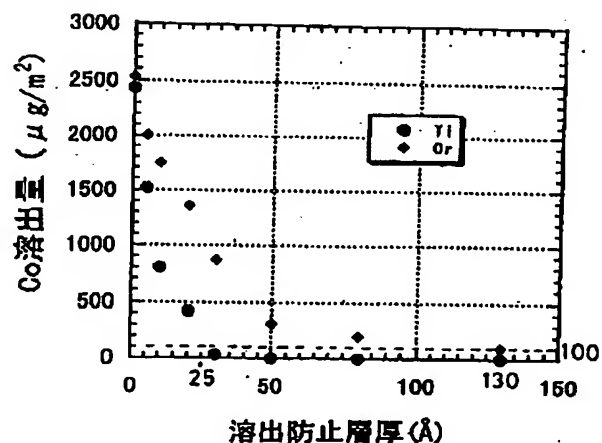
【符号の説明】

- 1…非磁性基体（基板）
- 2…非磁性下地膜
- 3…グラニューラー磁性膜
- 4…安定な酸化物をつくる金属材料又は難酸化金属材料の中間膜（Co溶出防止膜）
- 5…カーボン保護膜
- 6…液体潤滑膜。

【図1】



【図2】





## フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

キーワード (参考)

G 1 1 B 5/84  
5/851G 1 1 B 5/84  
5/851

B

H 0 1 F 10/30  
41/18H 0 1 F 10/30  
41/18

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**